(19) 世界知的所有権機関 国際事務局





(43) 国際公開日 2005 年9 月9 日 (09.09.2005)

PCT

(10) 国際公開番号 WO 2005/083043 A1

(51) 国際特許分類⁷: C10M 141/10, 163/00 // (C10M 141/10, 125:02, 135:18, 137:10) (C10M 163/00, 125:02, 135:18, 137:10, 159:20), C10N 10:04, 10:12, 10:06, 30:06, 40:04, 50:10

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/002820

(22) 国際出願日: 2005年2月22日(22.02.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ: 特願2004-052202 2004年2月26日(26.02.2004) JP

- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 新日本石油株式会社 (NIPPON OIL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058412 東京都港区西新橋一丁目3番12号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 坂本 清美 (SAKAMOTO, Kiyomi) [JP/JP]; 〒2310815 神奈川県 横浜市中区千鳥町8番地新日本石油株式会社内 Kanagawa (JP). 別府 幸治 (BEPPU, Yukiharu) [JP/JP]; 〒2310815 神奈川県横浜市中区千鳥町8番地新日本石油株式会社内 Kanagawa (JP). 渋谷宏之 (SHIBUYA, Hiroyuki) [JP/JP]; 〒2310815 神奈川県横浜市中区千鳥町8番地新日本石油株式会社内 Kanagawa (JP). 荒井孝 (ARAI, Takashi) [JP/JP]; 〒2310815 神奈川県横浜市中区千鳥町8番地新日本石油株式会社内 Kanagawa (JP). 木下広嗣 (KINOSHITA, Hirotsugu) [JP/JP]; 〒1058412 東京都港区西新橋一丁目3番

12号新日本石油株式会社内 Tokyo (JP). 石橋 和彦 (ISHIBASHI, Kazuhiko) [JP/JP]; 〒2310815 神奈川 県横浜市中区千鳥町8番地新日本石油株式会社内 Kanagawa (JP).

- (74) 代理人: 長谷川 芳樹、外(HASEGAWA, Yoshiki et al.); 〒1040061 東京都中央区銀座一丁目 1 0番 6 号銀座 ファーストビル 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: GREASE COMPOSITION FOR CONSTANT VELOCITY JOINT

(54) 発明の名称: 等速ジョイント用グリース組成物

(57) Abstract: A grease composition for a constant velocity joint, characterized in that it comprises a lubricant base oil, a thickener, a carbon black having an average particle diameter of 500 nm or less and an organomolybdenum compound. The above grease composition for a constant velocity joint can achieve the resistance to flaking, the resistance to seizure and wear resistance with good balance at a high level, with no use of a lead compound, and further can satisfactorily retain such excellent characteristics over a long period of time.

(57) 要約: 本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、潤滑油基油と、増ちょう剤と、平均粒子径が500nm以下のカーボンブラックと、有機モリブデン化合物と、を含有することを特徴とする。本発明の等速ジョイント用グリース組成物によれば、鉛化合物を使用せずとも、耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性を高水準でバランスよく達成することができ、且つそれらの特性を長期にわたって十分に維持することが可能となる。





明細書

等速ジョイント用グリース組成物

技術分野

[0001] 本発明は、等速ジョイント用グリース組成物に関する。

背景技術

- [0002] 等速ジョイントとは、自動車のミッションからタイヤへの駆動力伝達軸等の用途に使用されるジョイントである。等速ジョイントの種類としては、バーフィールドジョイント、ゼッパジョイント、アンダーカットフリージョイント等の固定型等速ジョイント及びダブルオフセットジョイント、トリポードジョイント、クロスグルーブジョイント等のスライド型等速ジョイント等がある。
- [0003] 等速ジョイントには耐フレーキング性、耐焼付き性、耐摩耗性、低摩擦性等の性能が求められる。そこで、これらの性能を確保すべく、等速ジョイント用グリースとしては、潤滑油基油とリチウム石けんやウレア系増ちょう剤からなる基グリースに、二硫化モリブデン、鉛化合物等の添加剤を配合したものが主に使用されている(例えば、特許文献1、2を参照)。

特許文献1:特開平04-304300号公報

特許文献2:特開平06-57283号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0004] 近年、自動車の高性能化、小型・軽量化に伴い、等速ジョイントにかかる負荷は増 大傾向にある。しかし、上記従来のグリースの場合、耐フレーキング性、耐焼付き性、 耐摩耗性、低摩擦性等の点で必ずしも十分とはいえず、負荷が大きい等速ジョイント において高性能化及び長寿命化を達成するためには改善の余地がある。
- [0005] また、上述のように、従来のグリースには添加剤として鉛化合物が使用されることがあるが、人体や環境に対する安全性から、鉛化合物はできるだけ使用しないことが望ましい。
- [0006] 本発明は、このような実情に鑑みてなされたものであり、鉛化合物を使用せずとも、

耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性を高水準でバランスよく達成することができ、且つそれらの特性を長期にわたって十分に維持することが可能な等速ジョイント用グリース組成物を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0007] 上記課題を解決するために、本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、潤滑油 基油と、増ちょう剤と、平均粒子径が500nm以下のカーボンブラックと、有機モリブデ ン化合物と、を含有することを特徴とする。
- [0008] このように、上記特定のカーボンブラックと有機モリブデン化合物とを増ちょう剤と共に潤滑油基油に含有せしめることで、耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性の全てを高水準でバランスよく達成することができ、また、それらの特性を長期にわたって十分に維持することができるようになる。従って、本発明の等速ジョイント用グリース組成物によれば、鉛化合物を使用せずとも、等速ジョイントの高性能化及び長寿命化を有効に実現することが可能となる。
- [0009] 本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、硫黄系極圧剤、リン系極圧剤及び亜 鉛系極圧剤から選ばれる少なくとも1種を更に含有することが好ましい。これにより、 耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性を更に向上させることができるようにな る。
- [0010] また、本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、脂肪酸塩と炭酸塩との複合体であって脂肪酸が炭酸塩により過塩基性化された複合体、並びに有機酸塩から選ばれる少なくとも1種を更に含有することが好ましい。これにより、耐フレーキング性及び耐焼付き性を更に向上させることができるようになる。

発明の効果

- [0011] 本発明によれば、鉛化合物を使用せずとも、耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐 摩耗性を高水準でバランスよく達成することができ、且つそれらの特性を長期にわた って十分に維持することが可能な等速ジョイント用グリース組成物が提供される。 発明を実施するための最良の形態
- [0012] 以下、本発明の好適な実施形態について詳細に説明する。
- 「0013 本発明の等速ジョイント用グリース組成物の潤滑油基油としては、鉱油及び/又は

合成油を挙げることができる。鉱油としては、石油精製業の潤滑油製造プロセスで通常行われている方法により得られる鉱油、より具体的には、原油を常圧蒸留および減圧蒸留して得られた潤滑油留分を溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう、接触脱ろう、水素化精製、硫酸洗浄、白土処理などの処理を1つ以上行って精製したナフテン系又はパラフィン系鉱油が挙げられる。

- [0014] また、合成油としては、具体的には、ポリブテン、1-オクテンオリゴマー、1-デセン オリゴマー等のポリα-オレフィンまたはこれらの水素化物;ジトリデシルグルタレート、ジ2-エチルヘキシルアジペート、ジイソデシルアジペート、ジトリデシルアジペート、ジ3-エチルヘキシルセバケート等のジエステル;トリメチロールプロパンカプリレート、トリメチロールプロパンペラルゴネート、ペンタエリスリトール2-エチルヘキサノエート、ペンタエリスリトールペラルゴネートなどのポリオールエステル;アルキルナフタレン;アルキルベンゼン、ポリオキシアルキレングリコール;ポリフェニルエーテル;ジアルキルジフェニルエーテル;シリコーン油;またはこれらの混合物が挙げられる。
- [0015] 潤滑油基油の100℃での動粘度は、好ましくは2~40mm²/s、より好ましくは3~20mm²/sである。また、潤滑油基油の粘度指数は、好ましくは90以上、より好ましくは100以上である。
- [0016] 本発明においては、上記潤滑油基油のうちの1種を単独で用いてもよく、また、2種以上を組み合わせて用いてもよいが、耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性に優れる点からは、ナフテン系鉱油を用いることが好ましい。また、等速ジョイントに使用されるブーツはクロロプレンゴム(CR)、塩素化ポリエチレンゴム(CM)等のゴム材やポリエステル系熱可塑性エラストマー(TPE)等の樹脂材などで構成されているが、ナフテン系鉱油はかかるブーツ材料との相性の点からも好ましい。
- [0017] ここで、「ブーツ材料との相性」とは、ブーツ材料に対する悪影響が小さく、ブーツの 強度の低下、破損などによるグリースの漏洩を十分に防止することができる特性を意味する。
- [0018] また、「ナフテン系鉱油」とは、ナフテン分の多いナフテン基原油を精製して得られる潤滑油留分を意味する。具体的には、ナフテン基原油を常圧蒸留および減圧蒸留して得られた潤滑油留分に対して、溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう

、接触脱ろう、水素化精製、硫酸洗浄、白土処理などの1種を単独で又は2種以上の精製手段を適宜組み合わせて精製することにより得られる潤滑油留分が挙げられる。

- [0019] 本発明で用いられるナフテン系鉱油の性状は特に制限されないが、ナフテン系鉱油の%Cnは35~70であることが好ましく、40~65であることがより好ましく、45~60であることが更に好ましい。また、ナフテン系鉱油の%Cpは20~55であることが好ましく、25~50であることがより好ましく、30~45であることが更に好ましい。なお、ここでいう%Cnおよび%Cpは、それぞれASTM-D-3238に規定する"Standard Test Method for Calculation Distribution and Structural Group Analysis of Petroleum Oils by the n-d-M Method"に準拠して測定される%Cn及び%Cpを意味する。
- [0020] また、ナフテン系鉱油のアニリン点は、好ましくは90℃以下、より好ましくは85℃以下、更に好ましくは80℃以下である。なお、ここでいうアニリン点とは、JIS K 2256「石油製品アニリン点及び混合アニリン点試験方法」に準拠して測定されるアニリン点を意味する。
- [0021] また、ナフテン系鉱油の流動点は、好ましくは-20℃以下、より好ましくは-30℃以下、更に好ましくは-40℃以下である。なお、ここでいう流動点とは、JIS K 2269「原油及び石油製品の流動点並びに石油製品曇り点試験方法」に準拠して測定される流動点を意味する。
- [0022] また、ナフテン系鉱油の硫黄分は、熱安定性への悪影響を低減する点から、ナフテン系鉱油全量を基準として、好ましくは1500質量ppm以下、より好ましくは800質量ppm以下、更に好ましくは500質量ppm以下、一層好ましくは100質量ppm以下、特に好ましくは50質量ppm以下である。なお、ここでいう硫黄分とは、JIS K 2541「原油及び石油製品-硫黄分試験方法」の附属書「誘導結合プラズマ発光法」に準拠して測定される硫黄分を意味し、当該硫黄分には二硫化硫黄、メルカプタン、硫化アルキル、二硫化アルキル、チオファン、チオフェン、スルホン酸などが包含される。
- [0023] また、ナフテン系鉱油の窒素分は、熱安定性への悪影響を低減する点から、ナフテン系鉱油全量を基準として、好ましくは500質量ppm以下、より好ましくは200質量p

pm以下、更に好ましくは150質量ppm以下、一層好ましくは100質量ppm以下、特に好ましくは50質量ppm以下である。なお、ここでいう窒素分とは、JIS K 2609「原油及び石油製品-窒素分試験方法」に規定する微量電量滴定法に準拠して測定される窒素分を意味し、当該窒素分にはアンモニア、硫化アンモニウム、炭酸アンモニウム、塩化アンモニウムの無機アンモニア化合物、並びにピリジン、キノリン、ナフテン塩基などの複素環式化合物などが包含される。

- [0024] また、ナフテン系鉱油の粘度指数は、低温流動性の点から、好ましくは-10以上、より好ましくは0以上、更に好ましくは10以上、一層好ましくは20以上、特に好ましくは30以上である。なお、ここでいう粘度指数とは、JIS K 2283「原油及び石油製品ー動粘度試験方法及び粘度指数算出方法」に準拠して算出される粘度指数を意味する。
- [0025] 本発明のグリース組成物がナフテン系鉱油を含有する場合、当該ナフテン系鉱油の含有量は、組成物全量を基準として、好ましくは3〜40質量%、より好ましくは5〜30質量%である。ナフテン系鉱油の含有量が3質量%未満であると、その添加による耐フレーキング性、耐焼付き性、耐磨耗性およびブーツ材料との相性の向上効果が不十分となる傾向にある。また、ナフテン系鉱油の含有量が40質量%を超えると、耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐磨耗性の向上効果は得られるが、ブーツ材料との相性が低下する傾向にある。
- [0026] また、増ちょう剤としては、金属石けん、複合金属石けん等の石けん系増ちょう剤、ベントン、シリカゲル、ウレア系増ちょう剤(ウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ウレタン化合物等)の非石けん系増ちょう剤などのあらゆる増ちょう剤が使用可能である。耐熱性の点からは、ウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ウレタン化合物又はこれらの混合物が好ましい。
- [0027] 石けん系増ちょう剤としては、具体的に例えばナトリウム石けん、カルシウム石けん、 アルミニウム石けん、リチウム石けん等が挙げられる。
- [0028] また、ウレア系増ちょう剤としては、例えば、ジウレア化合物、トリウレア化合物、テトラウレア化合物、ポリウレア化合物(ジウレア化合物、トリウレア化合物、テトラウレア化合物を除く)等のウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ジウレタン化合物等のウレタ

ン化合物又はこれらの混合物等が挙げられ、中でも、ジウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物、ジウレタン化合物またはこれらの混合物が好ましい。

[0029] ウレア系増ちょう剤の好ましい例として、下記一般式(1)で表される化合物が挙げられる。なお、一般式(1)で表される化合物は、ジウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物及びジウレタン化合物を包含するものである。

[0030] A-CONH-R¹-NHCO-B (1)

一般式(1)中、R¹は2価の有機基を表し、好ましくは2価の炭化水素基を表す。かかる2価の炭化水素基としては、具体的には、直鎖又は分枝状のアルキレン基、直鎖又は分枝状のアルケニレン基、シクロアルキレン基、アリーレン基、アルキルアリーレン基、アリールアルキレン基等が挙げられる。R¹で表される2価の有機基の炭素数は、好ましくは6~20、より好ましくは6~15である。

[0031] R¹で表される2価の有機基の好ましい例としては、エチレン基、2, 2-ジメチルー4-メチルヘキシレン基、並びに下記式(2)ー(11)で表される基が挙げられ、中でも式(3)、(5)で表される基が好ましい。

[0032] [化1]

[化2]

$$CH_2$$
 (3)

[化3]

$$H_3C$$
 CH_3 (4)

[化4]

[化5]

$$-H_2C$$
 CH_2 (6)

[化6]

$$\begin{array}{c|c}
CH_3 \\
C \\
CH_3
\end{array}$$

$$CH_3$$

$$CH_3$$

$$CH_3$$

$$CH_3$$

$$CH_3$$

$$CH_3$$

$$CH_3$$

[化7]

$$H_3C$$
 CH_2
 CH_3
 CH_3
 CH_3

[化8]

[化9]

[化10]

$$CH_2$$
 (11)

また、一般式(1)中、A及びBは同一でも異なっていてもよく、それぞれーNHR²、ーNR³R⁴又は一OR⁵で表される基を表す。ここで、 R^2 、 R^3 、 R^4 及び R^5 は同一でも異なっていてもよく、それぞれ1価の有機基であり、好ましくは炭素数6~20の1価の炭化水素基を表す。

 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 で表される炭素数6~20の1価の炭化水素基としては、例えば、直 [0033] 鎖又は分枝状のアルキル基、直鎖又は分枝状のアルケニル基、シクロアルキル基、 アルキルシクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、アリールアルキル基等 が挙げられる。より具体的には、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デ シル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、 ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、エイコシル基な どの直鎖又は分枝状のアルキル基;ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノ ネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、ドデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデ セニル基、ヘキサデセニル基、ヘプタデセニル基、オクタデセニル基、ノナデセニル 基、エイコセニル基等の直鎖又は分枝状のアルケニル基;シクロヘキシル基;メチル シクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基、エチルシクロヘキシル基、ジエチルシ クロヘキシル基、プロピルシクロヘキシル基、イソプロピルシクロヘキシル基、1ーメチ ルー3ープロピルシクロヘキシル基、ブチルシクロヘキシル基、アミルシクロヘキシル基 、アミルメチルシクロヘキシル基、ヘキシルシクロヘキシル基、ヘプチルシクロヘキシ ル基、オクチルシクロヘキシル基、ノニルシクロヘキシル基、デシルシクロヘキシル基 、ウンデシルシクロヘキシル基、ドデシルシクロヘキシル基、トリデシルシクロヘキシル 基、テトラデシルシクロヘキシル基等のアルキルシクロヘキシル基:フェニル基、ナフ チル基等のアリール基;トルイル基、エチルフェニル基、キシリル基、プロピルフェニ ル基、クメニル基、メチルナフチル基、エチルナフチル基、ジメチルナフチル基、プロ ピルナフチル基等のアルキルアリール基:ベンジル基、メチルベンジル基、エチルベ ンジル基などのアリールアルキル基等が挙げられる、これらの中でも、耐熱性及び音

響防止性の点から、アルキル基、シクロアルキル基、アルキルシクロアルキル基、アリール基及びアルキルアリール基が好ましい。

[0034] 一般式(1)で表される化合物は、例えば、 $OCN-R^1-NCO$ で表されるジイソシアネートと、 R^2NH_2 、 R^3R^4NH 又は R^5OH で表される化合物もしくはこれらの混合物とを、基油中、10-200°Cで反応させることにより得られる。なお、原料化合物を表す式中の R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 は、それぞれ一般式(1)で表される化合物に係る R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 と同義である。

[0035] 一般式(1)で表される化合物の中でも、耐熱性の点から、式中のA及びBが-NHR 2 である化合物、すなわち下記一般式(12)で表される化合物が特に好ましい。ここで、一般式(12)中、 R^1 は2価の有機基、 R^2 は1価の有機基をそれぞれ表し、上述の R^1 及び R^2 と等価である。

[0036] [化11]

$$\begin{array}{c|c}
O & O \\
\parallel & \parallel \\
R^2 \longrightarrow NHCNH \longrightarrow R^1 \longrightarrow NHCNH \longrightarrow R^2
\end{array}$$
(12)

増ちょう剤の含有量は、組成物全量基準で、好ましくは2質量%以上、より好ましくは5質量%以上である。増ちょう剤の含有量が2質量%未満であると、増ちょう剤の添加効果が不十分となり、グリース組成物を十分にグリース状にすることが困難となる。また、増ちょう剤の含有量は、組成物全量基準で、好ましくは30質量%以下、より好ましくは20質量%以下である。増ちょう剤の含有量が30質量%を超えると、グリース組成物が過剰に硬くなって十分な潤滑性能を得ることが困難となる。

- [0037] 本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、上記の潤滑油基油と増ちょう剤とに加えて、平均粒子径が500nm以下のカーボンブラックと有機モリブデン化合物とを必須成分として含有する。
- [0038] ここで、カーボンブラックとは、原料炭化水素(油、ガスなど)を高温(例えば300~1 800℃、好ましくは800~1800℃)で数msの瞬時に炭素化することにより得られる直径3~500nm程度の黒色の粒子を意味し、グラファイトとは区別されるものである。例えば、グラファイトの結晶構造が六方晶系の六角板状扁平(あるいは三方晶系の多

形)のものであるのに対し、カーボンブラックは、微晶体が複雑に集まった一種の無定形炭素である単位粒子からなり、該微晶体は平均直径20~30Åの芳香族平面分子が数層集まった乱層構造を有している。また、カーボンブラックの単位粒子同士は鎖状に連携して集合体(ストラクチャー)を形成し、さらに粒子の表面には酸性の官能基などが存在し得る。なお、カーボンブラックの代わりにグラファイトを用いると、耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性が不十分となる。

- [0039] 本発明で用いられるカーボンブラックの平均粒子径は、上述の通り、500nm以下であり、好ましくは100nm以下である。カーボンブラックの平均粒子径が500nmを超える場合、耐フレーキング性、耐焼付き性および耐摩耗性が不十分となる。また、平均粒子径の下限値については特に制限はないが、製造容易性、入手性等の点から、通常10nm以上、好ましくは15nm以上のものが使用される。なお、ここでいう平均粒子径とは、上述したカーボンブラックの単位粒子の平均粒子径(平均直径)であり、電子顕微鏡により測定される平均値を意味する。
- [0040] 本発明で用いられるカーボンブラックの製造方法は、その平均粒子径が上記の範囲内であれば特に制限されない。代表的な製造方法としては、ファーネス法、アセチレン法、ランプ法、サーマル法、チャンネル法などが挙げられる。
- [0041] カーボンブラックの含有量は、組成物全量基準で、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上である。カーボンブラックの含有量が前記下限値未満であると、カーボンブラックの添加による耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性の向上効果が不十分となる傾向にある。また、カーボンブラックの含有量は、組成物全量基準で、好ましくは15質量%以下、より好ましくは10質量%以下である。カーボンブラックの含有量が前記上限値を超えても、含有量に見合う耐フレーキング性、耐焼付き性及び耐摩耗性の向上効果が得られない傾向にある。
- [0042] また、本発明で用いられる有機モリブデン化合物としては、例えば下記一般式(13)で表されるリン酸又はチオリン酸エステルの誘導体、下記一般式(14)で表されるジチオカルバミン酸エステルの誘導体が挙げられる。

[0043] [化12]

$$\begin{bmatrix} X \\ R^6 \longrightarrow X \longrightarrow P \longrightarrow X \longrightarrow \\ R^6 \longrightarrow X \end{bmatrix} Mo_b X_c$$
 (13)

[化13]

$$\begin{bmatrix} R^{6} \\ R^{6} \\ S \end{bmatrix} C - S - \begin{bmatrix} Mo_{b}X_{c} \\ \end{bmatrix}_{a}$$
 (14)

上記一般式(13)及び(14)において、R⁶は同一でも異なっていてもよく、それぞれ 炭素数1以上の炭化水素基を表し、Xは同一でも異なっていてもよく、それぞれ酸素 原子又は硫黄原子を表し、a、b、cはそれぞれ1~6の整数を表す。

- [0044] 一般式(13)及び(14)中のR⁶で表される炭化水素基としては、例えば、炭素数1~24のアルキル基、炭素数5~7のシクロアルキル基、炭素数6~11のアルキルシクロアルキル基、炭素数6~18のアリール基、炭素数7~24のアルキルアリール基及び炭素数7~12のアリールアルキル基が挙げられる。

ル基(全ての分枝異性体を含む)、イコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ヘンイコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドコシル基(全ての分枝異性体を含む)、トリコシル基(全ての分枝異性体を含む)、テトラコシル基(全ての分枝異性体を含む)等が挙げられる。

上記シクロアルキル基としては、具体的には、シクロペンチル基、シクロヘキシル基 、シクロヘプチル基等が挙げられる。

上記アルキルシクロアルキル基としては、具体的には、メチルシクロペンチル基(全 [0046] ての置換異性体を含む)、エチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、ジメ チルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、プロピルシクロペンチル基(全て の分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシクロペンチル基(全ての置換異 性体を含む)、トリメチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、ブチルシクロ ペンチル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルシクロペンチ ル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルシクロペンチル基(全ての 置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む) 、メチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、エチルシクロヘキシル基(全 ての置換異性体を含む)、ジメチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、プ ロピルシクロヘキシル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシ クロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、トリメチルシクロヘキシル基(全ての置 換異性体を含む)、ブチルシクロヘキシル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含 む)、メチルプロピルシクロヘキシル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジ エチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘキシ ル基(全ての置換異性体を含む)、メチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含 む)、エチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルシクロヘプチル 基(全ての置換異性体を含む)、プロピルシクロヘプチル基(全ての分枝異性体、置 換異性体を含む)、メチルエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、トリ メチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ブチルシクロヘプチル基(全て の分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルシクロヘプチル基(全ての分枝 異性体、置換異性体を含む)、ジエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含

- む)、ジメチルエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)等が挙げられる。
- [0047] 上記アリール基としては、具体的には、フェニル基、ナフチル基等が挙げられる。
- 上記アルキルアリール基としては、具体的には、トリル基(全ての置換異性体を含む [0048])、キシリル基(全ての置換異性体を含む)、エチルフェニル基(全ての置換異性体を 含む)、プロピルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチル フェニル基(全ての置換異性体を含む)、トリメチルフェニル基(全ての置換異性体を 含む)、ブチルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピル フェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルフェニル基(全ての 置換異性体を含む)、ジメチルエチルフェニル基(全ての置換異性体を含む)、ペン チルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘキシルフェニル基(全 ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘプチルフェニル基(全ての分枝異性体、 置換異性体を含む)、オクチルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む) 、ノニルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、デシルフェニル基(全 ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ウンデシルフェニル基(全ての分枝異性体、 置換異性体を含む)、ドデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む) 、トリデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、テトラデシルフェ ニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ペンタデシルフェニル基(全ての 分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘキサデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置 換異性体を含む)、ヘプタデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含 む)、オクタデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)等が挙げら れる。
- [0049] 上記アリールアルキル基としては、例えば、ベンジル基、フェネチル基、フェニルプロピル基(全ての分枝異性体を含む)、フェニルブチル基(全ての分枝異性体を含む)などが挙げられる。
- [0050] 上記一般式(13)、(14)で表される化合物としては、具体的には、モリブデンフォスフェート、モリブデンチオフォスフェート、モリブデンジチオフォスフェート、モリブデンジチオカーバメート等が挙げられる。
- [0051] 上記一般式(13)で表されるリン酸又はチオリン酸エステルの誘導体、及び下記一

般式(14)で表されるジチオカルバミン酸エステルの誘導体は、通常リン酸エステル、 チオリン酸エステル、ジチオカルバミン酸エステルと無機モリブデン化合物(三酸化モリブデン、モリブデン酸又はその塩など)を、必要に応じ硫黄源と共に、反応させて得られる化合物である。

[0052] なお、モリブデンは種々の価数を取り得るため、通常、上記反応により得られる化合物は混合物である。この中でも、最も典型的な化合物としては、下記式(15)及び(16)で表される化合物が挙げられる。

「0053] 「化14]

[化15]

$$R^6$$
 R^6
 R^6
 R^6
 R^6
 R^6
 R^6
 R^6
 R^6
 R^6

(式(15)、(16)中の R^6 及びXはそれぞれ式(13)中の R^6 及びX同一の定義内容を示す。)

本発明においては、有機モリブデン化合物として、上記一般式(13)、(14)で表される化合物のいずれか一方のみを用いてもよく、また、両者を混合して用いてもよいが、熱安定性の点からは、一般式(14)で表される化合物を用いることが好ましい

有機モリブデン化合物の含有量は、組成物全量基準で、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上である。有機モリブデン化合物の含有量が0.1質量%に満たない場合はグリースの耐フレーキング性、耐焼付き性および耐摩耗性が十分でなく、;上限が20質量%、好ましくは10質量%である。また、20質量%を越える場合は添加量に見合うだけの耐フレーキング性、耐焼付き性および耐摩耗性が得

られないため、それぞれ好ましくない。

- [0054] 本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、上記の潤滑油基油と増ちょう剤と平均 粒子径が500nm以下のカーボンブラックと有機モリブデン化合物とからなるものであ ってもよいが、硫黄系極圧剤、リン系極圧剤及び亜鉛系極圧剤から選ばれる少なくと も1種を更に含有することが好ましい。
- [0055] 硫黄系極圧剤としては、ジハイドロカルビルポリサルファイド、硫化エステル、硫化 鉱油、チアゾール化合物及びチアジアゾール化合物を挙げることができる。
- [0056] ジハイドロカルビルポリサルファイドは、一般にポリサルファイド又は硫化オレフィンと呼ばれる硫黄系化合物であり、具体的には下記一般式(17)で表される。
- $[0057] R^7 S R^8$ (17)

上記一般式(17)において、R⁷及びR⁸は同一でも異なっていてもよく、それぞれ炭素数3~20の直鎖状又は分枝状のアルキル基、炭素数6~20のアリール基、炭素数6~20のアルキルアリール基あるいは炭素数6~20のアリールアルキル基を表し、xは2~6、好ましくは2~5の整数を表す。

- [0058] 上記R⁷及びR⁸で表されるアルキル基としては、具体的には、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、直鎖又は分校ないチル基、直鎖又は分校へプチル基、直鎖又は分校ないチル基、直鎖又は分校などが必要、直鎖又は分校であり、であれる。 でプチル基、直鎖又は分校ができる。
- [0059] R^7 及び R^8 で表されるアリール基としては、具体的には、フェニル基、ナフチル基などを挙げることができる。
- [0060] R⁷及びR⁸で表されるアルキルアリール基としては、具体的には、トリル基(全ての構造異性体を含む)、エチルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝プロピルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ブチルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝プチルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ペンチルフェニル基(全ての構造異性体を

含む)、直鎖又は分枝ヘキシルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分 枝ヘプチルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝オクチルフェニル 基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ノニルフェニル基(全ての構造異性体 を含む)、直鎖又は分枝デシルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分 枝ウンデシルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ドデシルフェニ ル基(全ての構造異性体を含む)、キシリル基(全ての構造異性体を含む)、エチルメ チルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、ジエチルフェニル基(全ての構造異性 体を含む)、ジ(直鎖又は分枝)プロピルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、ジ(直鎖又は分枝)ブチルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、メチルナフチル基(全ての構造異性体を含む)、エチルナフチル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又 は分枝プロピルナフチル基(全ての構造異性体を含む)、直鎖又は分枝ブチルナフ チル基(全ての構造異性体を含む)、ジメチルナフチル基(全ての構造異性体を含む)、エチルメチルナフチル基(全ての構造異性体を含む)、ジエチルナフチル基(全て の構造異性体を含む)、ジ(直鎖又は分枝)プロピルナフチル基(全ての構造異性体 を含む)、ジ(直鎖又は分枝)ブチルナフチル基(全ての構造異性体を含む)などを挙 げることができる。

- [0061] R⁷及びR⁸で表されるアリールアルキル基としては、具体的には、ベンジル基、フェニルエチル基(全ての異性体を含む)、フェニルプロピル基(全ての異性体を含む)などを挙げることができる。
- [0062] R⁷及びR⁸は、それぞれプロピレン、1-ブテン又はイソブチレンから誘導された炭素数3~18のアルキル基、炭素数6~8のアリール基、炭素数7~8のアルキルアリール基、炭素数7~8のアリールアルキル基であることが好ましい。
- [0063] 具体的には、好ましいアルキル基としては、イソプロピル基、プロピレン2量体から誘導される分枝状へキシル基(全ての分枝状異性体を含む)、プロピレン3量体から誘導される分枝状ノニル基(全ての分枝状異性体を含む)、プロピレン4量体から誘導される分枝状ドデシル基(全ての分枝状異性体を含む)、プロピレン5量体から誘導される分枝状ペンタデシル基(全ての分枝状異性体を含む)、プロピレン6量体から誘導される分枝状オクタデシル基(全ての分枝状異性体を含む)、secーブチル基、tert

ーブチル基、1-ブテン2量体から誘導される分枝状オクチル基(全ての分枝状異性体を含む)、イソブチレン2量体から誘導される分枝状オクチル基(全ての分枝状異性体を含む)、1-ブテン3量体から誘導される分枝状ドデシル基(全ての分枝状異性体を含む)、イソブチレン3量体から誘導される分枝状ドデシル基(全ての分枝状異性体を含む)、1-ブテン4量体から誘導される分枝状へキサデシル基(全ての分枝状異性体を含む)、イソブチレン4量体から誘導される分枝状へキサデシル基(全ての分枝状異性体を含む)、イソブチレン4量体から誘導される分枝状へキサデシル基(全ての分枝状異性体を含む)などを挙げることができる。また、好ましいアリール基としては、フェニル基を挙げることができる。また、好ましいアルール基としては、トリル基(全ての構造異性体を含む)、エチルフェニル基(全ての構造異性体を含む)、キシリル基(全ての構造異性体を含む)などを挙げることができる。また、好ましいアリールアルキル基としては、ベンジル基、フェネチル基(全ての異性体を含む)などを挙げることができる。

- [0064] さらに、R⁷及びR⁸は、耐フレーキング性、耐焼き付き性により優れることから、それ ぞれ別個に、エチレン又はプロピレンから誘導された炭素数3~18の分枝状アルキ ル基であることがより好ましく、エチレン又はプロピレンから誘導された炭素数6~15 の分枝状アルキル基であることが特に好ましい。
- [0065] また、ジハイドロカルビルポリサルファイドとしては、任意の硫黄含有量のものを使用できるが、耐フレーキング性及び耐焼き付き性の点から、通常、硫黄含有量が10~5 5質量%、好ましくは20~50質量%のものを用いることが好ましい。
- [0066] 硫化エステルとしては、具体的には例えば、牛脂、豚脂、魚脂、菜種油、大豆油などの動植物油脂;不飽和脂肪酸(オレイン酸、リノール酸又は上記の動植物油脂から抽出された脂肪酸類などを含む)と各種アルコールとを反応させて得られる不飽和脂肪酸エステル;及びこれらの混合物などを任意の方法で硫化することにより得られるものが挙げられる。
- [0067] また、硫化エステルとしては、任意の硫黄含有量のものを使用できるが、耐フレーキング性及び耐焼き付き性の点から、通常、硫黄含有量が2~40質量%、好ましくは5~35質量%のものを用いることが好ましい。
- [0068] 硫化鉱油とは、鉱油に単体硫黄を溶解させたものをいう。本発明に用いられる鉱油

は特に制限されないが、具体的には、上記の潤滑油基油の例として挙げた鉱油系潤滑油基油が挙げられる。また、単体硫黄としては、塊状、粉末状、溶融液体状等いずれの形態のものを用いてもよいが、粉末状又は溶融液体状のものは、基油への溶解を効率よく行うことができるので好ましい。なお、溶融液体状の単体硫黄を用いるときは、液体同士を混合することになるので溶解作業を非常に短時間で行うことができるという利点を有しているが、単体硫黄の融点以上で取り扱わねばならず、加熱設備などの特別な装置を必要としたり、高温雰囲気下での取り扱いとなるため危険を伴うなど取り扱いが必ずしも容易ではない。これに対して、粉末状の単体硫黄は、安価で取り扱いが容易であり、しかも溶解時間が十分に短いので特に好ましい。また、硫化鉱油中の硫黄含有量に特に制限はないが、通常硫化鉱油全量基準で好ましくは0.05~1.0質量%であり、より好ましくは0.1~0.5質量%である。

[0069] チアゾール化合物としては、下記一般式(18)、(19)で表される化合物が好ましく 用いられる。

[0070] [化16]

$$\begin{array}{c|c}
C & N \\
C & S & -R^9
\end{array} (18)$$

[化17]

$$R^{11} \longrightarrow S_e \longrightarrow R^{10}$$
 (19)

(式(18)、(19)中、 R^9 及び R^{10} はそれぞれ水素原子、炭素数1~30の炭化水素基 又はアミノ基を表し、 R^{11} は水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を表し、d及びe は0~3の整数を表す]

これらの中でも、上記一般式(19)で表されるベンゾチアゾール化合物が特に好ましい。ここで、上記一般式(19)中の R^{10} は前述の通り水素原子、炭素数1~30の炭化水素基又はアミノ基を表ずものであるが、 R^{10} は水素原子又は炭素数1~18の炭

化水素基であることが好ましく、水素原子又は炭素数1~12の炭化水素基であることがより好ましい。また、上記一般式(19)中のR¹¹は前述の通り水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を表すものであるが、R¹¹は水素原子又は炭素数1~3のアルキル基であることが好ましく、水素原子又は炭素数1~2の炭化水素基であることがより好ましい。さらに、上記一般式(19)中のeは前述の通り0~3の整数を表すものであるが、eは0~2であることが好ましい。このようなベンゾチアゾール化合物の具体例としては、ベンゾチアゾール、2~メルカプトベンゾチアゾール、2~(ヘキシルジチオ)ベンゾチアゾール、2~(オクチルジチオ)ベンゾチアゾール、2~(デシルジチオ)ベンゾチアゾール、2~(ドデシルジチオ)ベンゾチアゾール、2~(ドデシルジチオ)ベンゾチアゾール、2~(ドデシルジチオ)ベンゾチアゾール、2~(N, N-ジエチルジチオカルバミル)ベンゾチアゾールなどが挙げられる。

[0071] チアジアゾール化合物としては、下記一般式(20)で表される1, 3, 4-チアジアゾール化合物、下記一般式(21)で表される1, 2, 4-チアジアゾール化合物、並びに下記一般式(22)で表される1, 4, 5-チアジアゾール化合物が好ましく用いられる。
 [0072] [化18]

$$R^{12}$$
— S_f — C — S_g — R^{13} (20)

[化19]

$$R^{14} \longrightarrow S_h \longrightarrow C \longrightarrow N$$

$$\parallel \qquad \parallel$$

$$N \longrightarrow C \longrightarrow S_i \longrightarrow R^{15}$$
(21)

[化20]

$$\begin{array}{c|c}
N \longrightarrow C \longrightarrow S_j \longrightarrow R^{16} \\
\parallel & \parallel & \downarrow \\
C \longrightarrow S_k \longrightarrow R^{17}
\end{array}$$
(22)

[上記式(20)、(21)、(22)中、R¹²、R¹³、R¹⁴、R¹⁵、R¹⁶及びR¹⁷は同一でも異なって

いてもよく、それぞれ水素原子又は炭素数1~20の炭化水素基を表し、c、d、e、f、g 及びhは同一でも異なっていてもよく、それぞれ0~8の整数を表す]

ここで、上記一般式(20)~(22)中のR¹²、R¹³、R¹⁴、R¹⁵、R¹⁶及びR¹⁷は、前述の 通りそれぞれ水素原子又は炭素数1~20の炭化水素基を表すものであるが、R12 R ¹³、R¹⁴、R¹⁵、R¹⁶及びR¹⁷はそれぞれ水素原子又は炭素数1〜18の炭化水素である ことが好ましく、水素原子又は炭素数1~12の炭化水素基であることがより好ましい。 また、上記一般式(7)~(9)中のc、d、e、f、g及びhは前述の通りそれぞれ0~3の 整数を表すものであるが、c、d、e、f、g及びhはそれぞれ0~2の整数であることが好 ましい。このようなチアジアゾール化合物の具体例としては、2.5-ビス(n-ヘキシル ジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス(n-オクチルジチオ)-1, 3, 4-チア ジアゾール、2,5-ビス(n-)ニルジチオ)-1,3,4-チアジアゾール、2,5-ビス(1,1, 3, 3-テトラメチルブチルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス(n-ヘキ シルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス(n-オクチルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3,5-ビス(n-ノニルジチオ)-1,2,4-チアジアゾール、3,5-ビ $\lambda(1, 1, 3, 3- \overline{y})$ テトラメチルブチルジチオ) $\lambda(1, 1, 3, 3- \overline{y})$ -1, 2, 4-チアジアゾール、4, 5-ビス(n) -ヘキシルジチオ)-1, 2, 3-チアジアゾール、4, 5-ビス(n-オクチルジチオ)-1, 2 , 3- チアジアゾール、4, 5- ビス(n- ノニルジチオ)-1, 2, 3- チアジアゾール、4, 5-ビス(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルジチオ)-1, 2, 3-チアジアゾールなどが挙げ られる。

- [0073] 本発明で用いる硫黄系極圧剤としては、耐フレーキング性、耐焼付き性および耐摩 耗性の点から、上記した中でもジハイドロカルビルポリサルファイド、硫化エステルで あることがさらにより好ましい。
- [0074] これらの硫黄系極圧剤を本発明の等速ジョイント用グリース組成物に含有させる場合、その含有量は特に制限されないが、組成物基準で、好ましくは0.05~20質量%、より好ましくは0.1~15質量%、さらに好ましくは0.5~10質量%である。
- [0075] また、リン系添加剤としては、リン酸エステル、酸性リン酸エステル、酸性リン酸エステルのアミン塩、亜リン酸エステル及びホスフォロチオネートから選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。

[0076] 上記リン系添加剤のうち、リン酸エステル、酸性リン酸エステル、酸性リン酸エステル のアミン塩及び亜リン酸エステルは、リン酸又は亜リン酸とアルカノール、ポリエーテ

ル型アルコールとのエステルあるいはその誘導体である。

21

PCT/JP2005/002820

WO 2005/083043

[0077] リン酸エステルとしては、トリブチルホスフェート、トリペンチルホスフェート、トリヘキシルホスフェート、トリヘプチルホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリノニルホスフェート、トリデシルホスフェート、トリウンデシルホスフェート、トリドデシルホスフェート、トリトリデシルホスフェート、トリテトラデシルホスフェート、トリペンタデシルホスフェート、トリヘキサデシルホスフェート、トリヘプタデシルホスフェート、トリオクタデシルホスフェート、トリオレイルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリカレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、キシレニルジフェニルホスフェート等:

酸性リン酸エステルのアミン塩としては、前記酸性リン酸エステルのメチルアミン、エ チルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、ヘプチ ルアミン、オクチルアミン、ジメチルアミン、ジエチルアミン、ジプロピルアミン、ジブチ ルアミン、ジペンチルアミン、ジヘキシルアミン、ジヘプチルアミン、ジオクチルアミン、 トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリプロピルアミン、トリブチルアミン、トリペンチルア ミン、トリヘキシルアミン、トリヘプチルアミン、トリオクチルアミン等のアミンとの塩等;

塩素化リン酸エステルとしては、トリス・ジクロロプロピルホスフェート、トリス・クロロエ チルホスフェート、トリス・クロロフェニルホスフェート、ポリオキシアルキレン・ビス[ジ(クロロアルキル)]ホスフェート等;

亜リン酸エステルとしては、ジブチルホスファイト、ジペンチルホスファイト、ジヘキシルホスファイト、ジへプチルホスファイト、ジオクチルホスファイト、ジノニルホスファイト、ジオレイル、ジデシルホスファイト、ジウンデシルホスファイト、ジドデシルホスファイト、ジオレイルホスファイト、ジフェニルホスファイト、ジクレジルホスファイト、トリブチルホスファイト、トリペンチルホスファイト、トリへキシルホスファイト、トリへプチルホスファイト、トリオクチルホスファイト、トリノニルホスファイト、トリデシルホスファイト、トリウンデシルホスファイト、トリドデシルホスファイト、トリオレイルホスファイト、トリフェニルホスファイト、トリクレジルホスファイト等、が挙げられる。また、これらの混合物も使用できる。

[0078] ホスフォロチオネートとしては、下記一般式(23)で表される化合物が好ましく用いられる。

[0079] [化21]

$$\begin{array}{c|c}
 & OR^{19} \\
 & \\
 & \\
 & \\
 & R^{18}O \longrightarrow P \Longrightarrow S \\
 & \\
 & OR^{20}
\end{array}$$
(23)

[式中、 R^{18} 、 R^{19} 及び R^{20} は同一でも異なっていてもよく、それぞれ炭素数1~24の炭化水素基を示す〕

R¹⁸、R¹⁹及びR²⁰で示される炭素数1-24の炭化水素基としては、具体的には、アルキル基、シクロアルキル基、アルケニル基、アルキルシクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、アリールアルキル基等が挙げられる。

[0080] アルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル

基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基等のアルキル基(これらアルキル基は直鎖状でも分枝状でもよい)が挙げられる。

- [0081] シクロアルキル基としては、例えば、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基等の炭素数5~7のシクロアルキル基を挙げることができる。また上記アルキルシクロアルキル基としては、例えば、メチルシクロペンチル基、ジメチルシクロペンチル基、メチルエチルシクロペンチル基、ジエチルシクロペンチル基、メチルンクロヘキシル基、メチルシクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基、ジェチルシクロヘキシル基、ジェチルシクロヘオシル基、ジェチルシクロヘプチル基、ジェチルシクロヘプチル基、ジェチルシクロヘプチル基、ジェチルシクロトプチル基等の炭素数6~11のアルキルシクロアルキル基(アルキル基のシクロアルキル基への置換位置も任意である)が挙げられる
- [0082] アルケニル基としては、例えば、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、ドデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基、ヘキサデセニル基、ヘプタデセニル基、オクタデセニル基等のアルケニル基(これらアルケニル基は直鎖状でも分枝状でもよく、また二重結合の位置も任意である)が挙げられる。
- [0083] アリール基としては、例えば、フェニル基、ナフチル基等のアリール基を挙げることができる。また上記アルキルアリール基としては、例えば、トリル基、キシリル基、エチルフェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、ペンチルフェニル基、ヘキシルフェニル基、ヘプチルフェニル基、オクチルフェニル基、ノニルフェニル基、デシルフェニル基、ウンデシルフェニル基、ドデシルフェニル基等の炭素数7~18のアルキルアリール基(アルキル基は直鎖状でも分枝状でもよく、またアリール基への置換位置も任意である)が挙げられる。
- [0084] アリールアルキル基としては、例えばベンジル基、フェニルエチル基、フェニルプロピル基、フェニルブチル基、フェニルペンチル基、フェニルへキシル基等の炭素数7~12のアリールアルキル基(これらアルキル基は直鎖状でも分枝状でもよい)が挙げ

られる。

- [0085] 上記R¹⁸、R¹⁹及びR²⁰で示される炭素数1~24の炭化水素基は、アルキル基、アリール基、アルキルアリール基であることが好ましく、炭素数4~18のアルキル基、炭素数7~24のアルキルアリール基、フェニル基がより好ましい。
- [0087] これらのリン系極圧剤を本発明の等速ジョイント用グリース組成物に含有させる場合 、その含有量は特に制限されないが、組成物基準で、好ましくは0.01~15質量%、 より好ましくは0.05~10質量%、さらに好ましくは0.1~5質量%である。
- [0088] また、亜鉛系極圧剤としては、例えば、下記一般式(24)で表されるジチオリン酸亜 鉛化合物、下記一般式(25)で表されるジチオカルバミン酸亜鉛化合物、下記一般 式(26)又は(27)で表されるリン化合物の亜鉛塩等が挙げられる。

[0089] [化22]

$$R^{21}O$$
 S S OR^{23} (24)

(式(24)中、 R^{21} 、 R^{22} 、 R^{23} 及び R^{24} は同一でも異なっていてもよく、それぞれ炭素数 1以上の炭化水素基を表す。)

[化23]

(式(25)中、 R^{25} 、 R^{26} 、 R^{27} 及び R^{28} は同一でも異なっていてもよく、それぞれ炭素数 1以上の炭化水素基を表す。)

[化24]

[式(26)中、Yはそれぞれ酸素原子又は硫黄原子を表し、3つのYの少なくとも2つは酸素原子であり、 R^{29} 、 R^{30} 及び R^{31} は同一でも異なっていてもよく、それぞれ水素原子又は炭素数1~30の炭化水素基を表す〕

[41:25]

$$R^{32}$$
 Y P Y R^{34} (27)

[式(27)中、Yはそれぞれ酸素原子又は硫黄原子を表し、4つのYの少なくとも3つは酸素原子であり、 R^{32} 、 R^{33} 及び R^{34} は同一でも異なっていてもよく、それぞれ水素

原子又は炭素数1~30の炭化水素基を表す。

- [0090] 上記一般式(24)、(25)中のR²¹〜R²⁸で表される炭化水素基としては、例えば、炭素数1〜24のアルキル基、炭素数5〜7のシクロアルキル基、炭素数6〜11のアルキルシクロアルキル基、炭素数6〜18のアリール基、炭素数7〜24のアルキルアリール基及び炭素数7〜12のアリールアルキル基が挙げられる。
- [0091] かかるアルキル基としては、具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基(全ての分枝異性体を含む)、ブチル基(全ての分枝異性体を含む)、ペンチル基(全ての分枝異性体を含む)、ペンチル基(全ての分枝異性体を含む)、ヘプチル基(全ての分枝異性体を含む)、ノニル基(全ての分枝異性体を含む)、ノニル基(全ての分枝異性体を含む)、デシル基(全ての分枝異性体を含む)、ウンデシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドデシル基(全ての分枝異性体を含む)、トリデシル基(全ての分枝異性体を含む)、アトラデシル基(全ての分枝異性体を含む)、ペンタデシル基(全ての分枝異性体を含む)、ペンタデシル基(全ての分枝異性体を含む)、ヘプタデシル基(全ての分枝異性体を含む)、ハプタデシル基(全ての分枝異性体を含む)、ハプタデシル基(全ての分枝異性体を含む)、ハンイコシル基(全ての分枝異性体を含む)、イコシル基(全ての分枝異性体を含む)、トリコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドリコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドリコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドリコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドカコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドカコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドカコシル基(全ての分枝異性体を含む)、ドカコシル基(全ての分枝異性体を含む)等が挙げられる。
- [0092] また、シクロアルキル基としては、具体的には、シクロペンチル基、シクロヘキシル基 、シクロヘプチル基等を挙げることができる。
- [0093] また、アルキルシクロアルキル基としては、具体的には、メチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、エチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、プロピルシクロペンチル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、トリメチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、ブチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、ブチルシクロペンチル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルシクロペンチル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロペンチル基(全ての置換異性体を含む)

、メチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、エチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、プロピルシクロヘキシル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、トリメチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、トリメチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、ブチルシクロヘキシル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルプロピルシクロヘキシル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘキシル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ブルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ブルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ブロピルシクロヘプチル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、トリメチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ドリメチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ドリメチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ジエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルシクロヘプチル基(全ての置換異性体を含む)等が挙げられる。

[0094] アリール基としては、例えば、フェニル基、ナフチル基等を挙げることができる。

[0095] アルキルアリール基としては、例えば、トリル基(全ての置換異性体を含む)、キシリル基(全ての置換異性体を含む)、エチルフェニル基(全ての置換異性体を含む)、プロピルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルエチルフェニル基(全ての置換異性体を含む)、トリメチルフェニル基(全ての置換異性体を含む)、ブチルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、メチルプロピルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ジエチルフェニル基(全ての置換異性体を含む)、ジメチルエチルフェニル基(全ての置換異性体を含む)、ペンチルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ペンチルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘキシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ハプチルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ノニルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブンデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブンデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブンデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブンデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブンデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ブンデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、

体を含む)、ドデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、トリデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、テトラデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ペンタデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘキサデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、ヘプタデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)、オクタデシルフェニル基(全ての分枝異性体、置換異性体を含む)等が挙げられる。

- [0096] アリールアルキル基としては、例えば、ベンジル基、フェネチル基、フェニルプロピル基(全ての分枝異性体を含む)、フェニルブチル基(全ての分枝異性体を含む)等が挙げられる。
- [0098] 上記アルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基等のアルキル基(これらアルキル基は直鎖状でも分枝状でもよい)が挙げられる。
- [0099] 上記シクロアルキル基としては、例えば、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基等の炭素数5~7のシクロアルキル基を挙げることができる。また上記アルキルシクロアルキル基としては、例えば、メチルシクロペンチル基、ジメチルシクロペンチル基、メチルエチルシクロペンチル基、ジエチルシクロペンチル基、メチルエチルシクロペンチル基、ジエチルシクロペンチル基、ジェチルシクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基、ジェチルシクロヘキシル基、ジェチルシクロヘプチル基、ジェチルシクロヘプチル基、ジェチルンクロヘプチル基、ジェチルシクロヘプチル基、ジェチルシクロヘプチル基、ジェチルシクロヘアチル基等の炭素数6~11のアルキルシクロアルキル基(アルキル基のシクロアルキル基への置換位置も任意である)が挙げられる。
- [0100] 上記アルケニル基としては、例えば、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、

ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、ドデセニル 基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基、ヘキサデセニル基、ヘプ タデセニル基、オクタデセニル基等のアルケニル基(これらアルケニル基は直鎖状で も分枝状でもよく、また二重結合の位置も任意である)が挙げられる。

- [0101] 上記アリール基としては、例えば、フェニル基、ナフチル基等のアリール基を挙げることができる。また上記アルキルアリール基としては、例えば、トリル基、キシリル基、エチルフェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、ペンチルフェニル基、ヘキシルフェニル基、ヘプチルフェニル基、オクチルフェニル基、ノニルフェニル基、デシルフェニル基、ウンデシルフェニル基、ドデシルフェニル基等の炭素数7~18のアルキルアリール基(アルキル基は直鎖状でも分枝状でもよく、またアリール基への置換位置も任意である)が挙げられる。
- [0102] 上記アリールアルキル基としては、例えばベンジル基、フェニルエチル基、フェニル プロピル基、フェニルブチル基、フェニルペンチル基、フェニルへキシル基等の炭素 数7~12のアリールアルキル基(これらアルキル基は直鎖状でも分枝状でもよい)が 挙げられる。
- [0103] R²⁹ ~ R³⁴で表される炭素数1~30の炭化水素基は、炭素数1~30のアルキル基 又は炭素数6~24のアリール基であることが好ましく、更に好ましくは炭素数3~18 のアルキル基、更に好ましくは炭素数4~12のアルキル基である。
- [0104] R²⁹、R³⁰及びR³¹は同一でも異なっていてもよく、それぞれ水素原子又は上記炭化水素基を表すが、R²⁹、R³⁰及びR³¹のうち、1~3個が上記炭化水素基であることが好ましく、1~2個が上記炭化水素基であることがより好ましく、2個が上記炭化水素基であることがさらに好ましい。
- [0105] また、 R^{32} 、 R^{33} 及び R^{34} は同一でも異なっていてもよく、それぞれ水素原子又は上記炭化水素基を表すが、 R^{32} 、 R^{33} 及び R^{34} のうち、1~3個が上記炭化水素基であることが好ましく、1~2個が上記炭化水素基であることがより好ましく、2個が上記炭化水素基であることがさらに好ましい。
- [0106] 一般式(26)で表されるリン化合物において、3個のYのうちの少なくとも2つは酸素原子であることが必要であるが、全てのYが酸素原子であることが好ましい。

[0107] また、一般式(27)で表されるリン化合物において、4個のYのうちの少なくとも3つは酸素原子であることが必要であるが、全てのYが酸素原子であることが好ましい。

- [0108] 一般式(26)で表されるリン化合物としては、例えば、亜リン酸、モノチオ亜リン酸; 上記炭素数1~30の炭化水素基を1つ有する亜リン酸モノエステル、モノチオ亜リン 酸モノエステル;上記炭素数1~30の炭化水素基を2つ有する亜リン酸ジエステル、 モノチオ亜リン酸ジエステル;上記炭素数1~30の炭化水素基を3つ有する亜リン酸 トリエステル、モノチオ亜リン酸トリエステル;及びこれらの混合物が挙げられる。これら の中でも、亜リン酸モノエステル、亜リン酸ジエステルが好ましく、亜リン酸ジエステル がより好ましい。
- [0109] また、一般式(27)で表されるリン化合物としては、例えば、リン酸、モノチオリン酸; 上記炭素数1~30の炭化水素基を1つ有するリン酸モノエステル、モノチオリン酸モ ノエステル;上記炭素数1~30の炭化水素基を2つ有するリン酸ジエステル、モノチ オリン酸ジエステル;上記炭素数1~30の炭化水素基を3つ有するリン酸トリエステル 、モノチオリン酸トリエステル;及びこれらの混合物が挙げられる。これらの中でも、リン 酸モノエステル、リン酸ジエステルが好ましく、リン酸ジエステルがより好ましい。
- [0110] 一般式(26)又は(27)で表されるリン化合物の亜鉛塩は、リン化合物のOH基あるいはSH基の数に応じその構造が異なり、従ってその構造については何ら限定されない。例えば、酸化亜鉛1molとリン酸ジエステル(OH基が1つ)2molを反応させた場合、下記式(28)で表される構造の化合物が主成分として得られると考えられるが、ポリマー化した分子も存在していると考えられる(式中のRは炭素数1~30の炭化水素基を表す)。

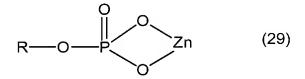
[0111] [化26]

$$\begin{bmatrix}
R \longrightarrow O \longrightarrow P \longrightarrow O \longrightarrow Zn \\
O \longrightarrow R
\end{bmatrix}_{2}$$
(28)

また、例えば、酸化亜鉛1molとリン酸モノエステル(OH基が2つ)1molとを反応させた場合、下記式(29)で表される構造の化合物が主成分として得られると考えられ

るが、ポリマー化した分子も存在していると考えられる(式中のRは炭素数1〜30の炭化水素基を表す)。

[0112] [化27]



また、本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、脂肪酸塩と炭酸塩との複合体であって前記脂肪酸が前記炭酸塩により過塩基性化された複合体(以下、「炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩」という)、並びに有機酸塩から選ばれる少なくとも1種を更に含有することが好ましい。

- [0113] 炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩は、脂肪酸塩中に炭酸塩を分散させることにより、 脂肪酸塩を炭酸塩で過塩基性化したものである。
- [0114] 炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩を構成する脂肪酸塩に関し、脂肪酸としては直鎖 状のものでも分岐鎖状のものでも良い。また、脂肪酸は飽和のものでも不飽和のもの でも良いが、基油への溶解性の点から、不飽和脂肪酸であることが好ましい。不飽和 結合の数についても特に限定は無いが、1つであることが好ましい。さらに、脂肪酸の 炭素数は特に制限されないが、炭酸塩の微粒子の分散性の点から、炭素数10~25 のものが好ましい。
- [0115] 本発明の炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩で用いられる脂肪酸の好ましいものの具体例としては、オレイン酸(炭素数18、不飽和結合1つ)、エルカ酸(炭素数22、不飽和結合1つ)、リノール酸(炭素数18、不飽和結合2つ)、リノレン酸(炭素数18、不飽和結合3つ)等が挙げられ、これらの中でもオレイン酸がより好ましい。
- [0116] また、炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩を構成する脂肪酸塩としては、上記した脂肪酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩等が挙げられるが、マグネシウム、バリウム、カルシウム等のアルカリ土類金属塩であることが好ましく、カルシウム塩であることがより好ましい。
- [0117] また、炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩を構成する炭酸塩としては、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩が挙げられ、より具体的にはリチウム塩、ナトリウム塩、カリウム塩

、マグネシウム塩、カルシウム塩、バリウム塩等が挙げられるが、アルカリ土類金属塩であることが好ましく、カルシウム塩であることがより好ましい。

- [0118] 炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩において、炭酸塩は微粒子として存在する。この場合の平均粒子径について特に制限はないが、より十分な耐フレーキング性能、耐焼き付き性能を付与することができる点から、平均粒子径が50nm以上であることが好ましく、100nm以上であることがより好ましく、300nm以上であることがさらにより好ましく、500nm以上であることがさらにより一層好ましく、1000nm以上であることが特に好ましく、2000nm以上であることが最も好ましい。なお、ここでいう平均粒子径とは、動的光散乱式粒度分布系で測定し、マルカット(Marquadt)法で算出した平均粒子径を意味する。
- [0119] 本発明の炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩において、脂肪酸塩と炭酸塩との混合比は特に制限されないが、耐フレーキング性及び耐焼付き性を更に向上させる点から、脂肪酸塩100重量部に対して、炭酸塩が好ましくは10重量部以上、より好ましくは20重量部以上、更に好ましくは30重量部以上、一層好ましくは40重量部以上、特に好ましくは50重量部以上である。また、潤滑油基油への溶解性の点から、脂肪酸塩100重量部に対して、炭酸塩が好ましくは1000重量部以下、より好ましくは500重量部以下、更に好ましくは400重量部以下、一層好ましくは300重量部以下、特に好ましくは200重量部以下である。
- [0120] 炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の製造方法は任意であるが、具体的には例えば、上記した脂肪酸塩をキャリアオイルに溶解させ、アルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基等を存在させた系に、炭酸ガスを吹き込むことによって製造できる。ここでいう、キャリアオイルとしては、本発明の等速ジョイント用グリース組成物の潤滑油基油として挙げたものなどが使用できる。また、アルカリ金属、アルカリ土類金属の塩基としては、水酸化物、酸化物等が挙げられ、より具体的には水酸化カルシウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化バリウム等が挙げられる。
- [0121] なお、本発明における炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩は、通常上記キャリアオイルに溶解させた状態で得られるが、潤滑油基油への溶解性の点から、上記脂肪酸塩と炭酸塩との合計量100重量部に対して、キャリアオイルは、好ましくは10重量部以上

、より好ましくは15重量部以上、更に好ましくは20重量部以上、特に好ましくは25重量部以上である。また、上記脂肪酸塩と炭酸塩との合計量100重量部に対して、キャリアオイルは、好ましくは1000重量部以下、より好ましくは700重量部以下、更に好ましくは500重量部以下、特に好ましくは400重量部以下である。

- [0122] また、炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の製造工程においては、炭酸塩微粒子の生成を促進させるために、メタノール類を反応系中に添加しても良い。
- [0123] さらに、本発明の炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩としては、脂肪酸塩とスルホン酸塩などの他の有機酸塩との混合物を過塩基性化したものを用いても良い。
- [0124] 本発明における炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の含有量は、組成物全量を基準として、好ましくは0.05質量%、より好ましくは0.1質量%である。炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の含有量が0.05質量%に満たない場合には、炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の添加による耐フレーキング性及び耐焼付き性の向上効果が不十分となる傾向にある。また、炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の含有量は、組成物全量を基準として、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5.0質量%である。炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の含有量が10質量%を超えると、添加量に見合うだけの耐フレーキング性及び耐焼き付き性の向上効果が得られない傾向にある。なお、ここでいう炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の含有量とは、上記キャリアオイル等を除いた脂肪酸塩の含有量と成ら計量である。
- [0125] また、本発明の炭酸塩分散過塩基性脂肪酸塩の塩基価については特に制限はないが、より耐フレーキング性、耐焼き付き性に優れることから、キャリアオイルに溶解した状態で、通常50mgKOH/g以上、好ましくは100mgKOH/g以上、より好ましくは150mgKOH/g以上、さらにより好ましくは200mgKOH/g以上、最も好ましくは250mgKOH/g以上である。上限値については特に制限はないが、一般には600mgKOH/g以下である。なお、ここでいう塩基価とは、JIS K 2501「石油製品及び潤滑油ー中和試験方法」の6. に準拠した塩酸法により測定される塩基価(mgKOH/g)をいう。
- [0126] また、有機酸塩としては、スルフォネート、フェネート、サリシレート、並びにこれらの 混合物が好ましく用いられる。これらの有機酸塩の陽性成分としては、ナトリウム、カリ

ウムなどのアルカリ金属;マグネシウム、カルシウム、バリウムなどのアルカリ土類金属;アンモニア、炭素数1~3のアルキル基を有するアルキルアミン(モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、モノエチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、トリエチルアミン、トリエチルアミン、トリエチルアミン、トリアロピルアミン、トリエチルアミン、トリアロピルアミン、ジプロピルアミン、トリプロピルアミンなど)、炭素数1~3のアルカノール基を有するアルカノールアミン(モノメタノールアミン、ジメタノールアミン、トリメタノールアミン、デリスタノールアミン、トリメタノールアミン、デリスタノールアミン、トリプロパノールアミン、モノプロパノールアミン、ジプロパノールアミン、トリプロパノールアミンなど)などのアミンなどが挙げられる。これらの中でもアルカリ金属又はアルカリ土類金属が好ましく、カルシウムが特に好ましい。有機酸塩の陽性成分がアルカリ金属又はアルカリ土類金属であると、より高い潤滑性が得られる傾向にある。

- [0127] 有機酸塩の塩基価は、好ましくは50~500mgKOH/gであり、より好ましくは100~450mgKOH/gである。有機酸塩の塩基価が100mgKOH/g未満の場合は有機酸塩の添加による潤滑性向上効果が不十分となる傾向にあり、他方、塩基価が50のmgKOH/gを超える有機酸塩は、通常、製造が非常に難しく入手が困難であるため、それぞれ好ましくない。なお、ここでいう塩基価とは、JIS K 2501「石油製品及び潤滑油ー中和価試験方法」の7. に準拠して測定される過塩素酸法による塩基価[mgKOH/g]をいう。
- [0128] また、有機酸塩の含有量は、組成物全量基準で、好ましくは0.1~30質量%であり、より好ましくは0.5~25質量%であり、さらに好ましくは1~20質量%である。有機酸塩の含有量が前記下限値未満の場合、有機酸塩の添加による耐フレーキング性及び耐焼き付き性の向上効果が不十分となる傾向にあり、他方、前記上限値を超えるとグリース組成物の安定性が低下して析出物が生じやすくなる傾向にある。
- [0129] スルフォネートは、任意の方法によって製造されたものが使用可能である。例えば、 分子量100~1500、好ましくは200~700のアルキル芳香族化合物をスルフォン化 することによって得られるアルキル芳香族スルフォン酸のアルカリ金属塩、アルカリ土 類金属塩、アミン塩及びこれらの混合物などが使用できる。ここでいうアルキル芳香 族スルフォン酸としては、一般に鉱油の潤滑油留分のアルキル芳香族化合物をスル フォン化したものや、ホワイトオイル製造時に副生する、いわゆるマホガニー酸などの

石油スルフォン酸や、洗剤の原料となるアルキルベンゼン製造プラントから副生したり 、ポリオレフィンをベンゼンにアルキル化することにより得られる直鎖状又は分枝状の アルキル基を有するアルキルベンゼンをスルフォン化したもの、あるいはジノニルナフ タレンなどのアルキルナフタレンをスルフォン化したものなどの合成スルフォン酸など が挙げられる。また、上記のアルキル芳香族スルフォン酸と、アルカリ金属の塩基(ア ルカリ金属の酸化物や水酸化物など)、アルカリ土類金属の塩基(アルカリ土類金属 の酸化物や水酸化物など)又は上述したアミン(アンモニア、アルキルアミンやアルカ ノールアミンなど)とを反応させて得られるいわゆる中性(正塩)スルフォネート:中性(正塩)スルフォネートと、過剰のアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基又はア ミンを水の存在下で加熱することにより得られるいわゆる塩基性スルフォネート;炭酸 ガスの存在下で中性(正塩)スルフォネートをアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属 の塩基又はアミンと反応させることにより得られるいわゆる炭酸塩過塩基性(超塩基 性)スルフォネート;中性(正塩)スルフォネートをアルカリ金属の塩基、アルカリ土類 金属の塩基又はアミンならびにホウ酸又は無水ホウ酸などのホウ酸化合物と反応さ せたり、又は炭酸塩過塩基性(超塩基性)スルフォネートとホウ酸又は無水ホウ酸など のホウ酸化合物を反応させることによって製造されるいわゆるホウ酸塩過塩基性(超 塩基性)スルフォネート:及びこれらの混合物などが挙げられる。

[0130] また、フェネートとしては、具体的には、元素硫黄の存在下又は不存在下で、炭素数4-20のアルキル基を1-2個有するアルキルフェノールと、アルカリ金属の塩基(アルカリ金属の酸化物や水酸化物など)、アルカリ土類金属の塩基(アルカリ土類金属の酸化物や水酸化物など)又は上述したアミン(アンモニア、アルキルアミンやアルカノールアミンなど)とを反応させることにより得られる中性フェネート;中性フェネートと過剰のアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基又はアミンを水の存在下で加熱することにより得られる、いわゆる塩基性フェネート;炭酸ガスの存在下で中性フェネートをアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基又はアミンと反応させることにより得られる、いわゆる炭酸塩過塩基性(超塩基性)フェネート;中性フェネートをアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基又はアミンならびにホウ酸又は無水ホウ酸などのホウ酸化合物と反応させたり、又は炭酸塩過塩基性(超塩基性)フェネートと

ホウ酸又は無水ホウ酸などのホウ酸化合物を反応させることによって製造される、いわゆるホウ酸塩過塩基性(超塩基性)フェネート;及びこれらの混合物などが挙げられる。

- [0131] さらに、サリシレートとしては、具体的には、元素硫黄の存在下又は不存在下で、炭素数4~20のアルキル基を1~2個有するアルキルサリチル酸と、アルカリ金属の塩基(アルカリ金属の塩基(アルカリ土類金属の酸化物や水酸化物など)、アルカリ土類金属の塩基(アルカリ土類金属の酸化物や水酸化物など)又は上述したアミン(アンモニア、アルキルアミンやアルカノールアミンなど)とを反応させることにより得られる中性サリシレート;中性サリシレートと、過剰のアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基又はアミンを水の存在下で加熱することにより得られるいわゆる塩基性サリシレート;炭酸ガスの存在下で中性サリシレートをアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基又はアミンと反応させることにより得られるいわゆる炭酸塩過塩基性(超塩基性)サリシレート;中性サリシレートをアルカリ金属の塩基、アルカリ土類金属の塩基又はアミンならびにホウ酸又は無水ホウ酸などのホウ酸化合物と反応させたり、又は炭酸塩過塩基性(超塩基性)金属サリシレートとホウ酸又は無水ホウ酸などのホウ酸化合物を反応させることによって製造されるいわゆるホウ酸塩過塩基性(超塩基性)サリシレート;及びこれらの混合物などが挙げられる。
- [0132] 本発明の等速ジョイント用グリース組成物の混和ちょう度は、好ましくは220以上、より好ましくは265以上である。混和ちょう度が220に満たない場合は、グリースとして過剰に硬くなり、本発明による効果が十分に発揮されない傾向にある。また、当該混和ちょう度は、好ましくは430以下、より好ましくは400以下である。混和ちょう度が430を超えると、グリースが過剰に軟らかくなり、等速ジョイントへのグリース組成物の封入が困難となる傾向にある。なお、ここでいう混和ちょう度とは、JIS K2220「グリース」の5.3「ちょう度試験方法」により測定される60回往復混和した直後のちょう度をいう。
- [0133] 本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、その性質を損ねることがない限り、さらに性能を向上させるために必要に応じて固体潤滑剤、酸化防止剤、油性剤、さび止め剤、粘度指数向上剤などを含有させることができる。

- [0134] 固体潤滑剤としては具体的には例えば、窒化ホウ素、フッ化黒鉛、ポリテトラフロロエチレン、二硫化モリブデン、硫化アンチモン、アルカリ(土類)金属ほう酸塩などが挙げられる。
- [0135] 酸化防止剤としては具体的には、2、6-ジーt-ブチルフェノール、2、6-ジーt-ブチルーp-クレゾールなどのフエノール系化合物;ジアルキルジフェニルアミン、フェニルーαーナフチルアミン、p-アルキルフェニルーαーナフチルアミンなどのアミン系化合物;硫黄系化合物:フェノチアジン系化合物などが挙げられる。
- [0136] 油性剤としては具体的には、ラウリルアミン、ミリスチルアミン、パルミチルアミン、ステアリルアミン、オレイルアミンなどのアミン類;ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコールなどの高級アルコール類;ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸などの高級脂肪酸類;ラウリン酸メチル、ミリスチン酸メチル、パルミチン酸メチル、ステアリン酸メチル、オレイン酸メチルなどの脂肪酸エステル類;ラウリルアミド、ミリスチルアミド、パルミチルアミド、ステアリルアミド、オレイルアミドなどのアミド類;油脂などが挙げられる。
- [0137] さび止め剤としては具体的には、金属石けん類;ソルビタン脂肪酸エステルなどの 多価アルコール部分エステル類:アミン類:リン酸:リン酸塩などが挙げられる。
- [0138] 粘度指数向上剤としては具体的には、ポリメタクリレート、ポリイソブチレン、ポリスチレンなどが挙げられる。
- [0139] 本発明の等速ジョイント用グリース組成物を調製するには、例えば潤滑油基油に、増ちょう剤、平均粒子径が500nm以下のカーボンブラック、有機モリブデン化合物、並びに必要に応じてその他の添加剤を混合して撹拌し、ロールミル等を通すことにより得ることができる。また、潤滑油基油に予め増ちょう剤の原料成分を添加して溶融し、撹拌混合することにより、潤滑油基油中で増ちょう剤を調製した後に、平均粒子径が500nm以下のカーボンブラック及び有機モリブデン化合物、並びに必要に応じてその他の添加剤を混合撹拌し、ロールミル等を通すことにより製造することもできる。
- [0140] 上記構成を有する本発明の等速ジョイント用グリース組成物は、耐フレーキング性、耐焼付き性、耐摩耗性及び低摩擦性に優れるものであり、等速ジョイントの高性能化

及び長寿命化を高水準で達成可能とするものである。本発明の等速ジョイント用グリース組成物が適用される等速ジョイントは特に制限されないが、例えば、バーフィールドジョイント、ゼッパジョイント、アンダーカットフリージョイント等の固定型等速ジョイント及びダブルオフセットジョイント、トリポードジョイント、クロスグルーブジョイント等のスライド型等速ジョイント等が挙げられる。

実施例

- [0141] 以下、実施例及び比較例に基づき本発明を更に具体的に説明するが、本発明は 以下の実施例に何ら限定されるものではない。
- [0142] [実施例1~7、比較例1~4]

実施例1~6及び比較例1~4においては、潤滑油基油として40℃での動粘度が1 26mm²/sの溶剤精製パラフィン系鉱油を用い、ジフェニルメタン4, 4'ージイソシアネートを当該基油に加熱溶解させ、これに表1~3に示す各種アミン及びアルコールを同基油に加熱溶解させたものを加えた。次いで、生成したゲル状物質に表1に示す各種添加剤を加え、攪拌した後にロールミルに通してグリース組成物を得た。

- [0143] また、実施例7では、増ちょう剤として、ジイソシアネート、アルコール及びアミンの代わりに12-ヒドロキシステアリン酸リチウムを潤滑油基油に加えた。次いで、表2に示す各種添加剤を加え、攪拌した後にロールミルに通してグリース組成物を得た。
- [0144] なお、表1~3中、ジヒドロカルビルポリサルファイトは硫化ポリイソブチレン(硫黄含有割合45質量%)を、硫化油脂は硫化ラード(硫黄含有割合30質量%)を、酸化防止剤はアミン系酸化防止剤(フェニルーαーナフチルアミン)を、それぞれ意味する。
- [0145] [台状耐久試験]

実施例1~7及び比較例1~3のグリース組成物に対して以下の台上耐久試験を行った。

- [0146] 自動車の走行パターンを考慮し、回転数、トルク、作動角を変化させたモードを1サイクルとする条件で、市販の#82サイズのバーフィールド型ジョイントを用い、ジョイントが焼付くか各部位にフレーキングが発生するまでのサイクル数を評価した。得られた結果を表1〜3に示す。
- [0147] [表1]

		実 施 例			
		1	2	3	4
潤滑油基油[質量%]		78.0	86.0	86.5	84.0
	増 ちょう剤 [質 量 %]	16.0	8.0	8.0	8.0
増ちょう剤	シ゛フェニルメタン 4,4'-シ゛イソシアネート	1	5	5	5
原 料	シクロヘキシルアミン	2	8	8	8
(モル比)	オクタテ゛シルアルコール	-	2	2	2
カーホ゛ンフ゛ラッ	ク(平均粒子径:40nm) [質量%]	2.0	1.0	-	1.0
カーホ゛ンフ゛ラック	(平 均 粒 子 径 :100nm) [質 量 %]	-	-	1.0	-
モリフ゛テ゛ンシ゛チオカーハ゛メート[質量%]		2.0	1.0	2.0	2.0
モリフ゛テ゛ンシ゛チオフォスフェート[質量%]		-	3.0	-	-
シ゛ヒト゛ロカルヒ゛ルホ゜リサルファイト゛[質量%]		1.0	-	1.0	1.0
硫 化 油 脂 [質 量 %]		-	-	-	-
TCP[質量%]		-	-	0.5	-
亜 鉛 ジチオフォスフェート[質 量 %]		-	-	-	3.0
過 塩 基 性 カルシウムスルフォネート[質 量 %]		-	-	-	-
グラファイト[質量%]		-	-	-	-
酸 化 防 止 剤 [質 量 %]		1.0	1.0	1.0	1.0
	混 和 ちょう度		330	320	330
台上耐久試験[サイクル]		450	400	500	500

[0148] [表2]

		実 施 例		
		5	7	
潤滑油基油[質量%]		85.5	87.0	84.5
	増 ちょう剤 [質 量 %]	6.5	7.0	10.0
増 ちょう剤	シ゛フェニルメタン 4,4′-シ゛イソシアネート	5	5	12-ヒドロキシ
原 料	シクロヘキシルアミン	8	8	ステアリン酸
(モル比)	オクタテ゛シルアルコール	2	2	リチウム塩
カーポンフ゛ラッ	ク(平 均 粒 子 径 :40nm) [質 量 %]	1.0	1.0	
カーホ゛ンフ゛ラック	7(平均粒子径:100nm) [質量%]	-	ı	1.0
モリフ゛	デンジチオカーバメート[質量%]	1.0	2.0	2.0
モリフ・テ゛ンシ・チオフォスフェート[質量%]		3.0	-	-
ジヒドロカルビルポリサルファイド[質量%]		-	1.0	1.0
硫 化 油 脂 [質 量 %]		2.0	ı	ı
١٠J	クレシ゛ルホスフェート[質量%]	-		0.5
亜釒	☆ジチオフォスフェート[質量%]	-	-	-
過塩基	性 カルシウムスルフォネート[質 量 %]	-	1.0	-
グラファイト[質量%]		-	-	-
	酸化防止剂[質量%]	1.0	1.0	1.0
	混 和 ちょう度	370	350	330
台	上 耐 久 試 験 [サイクル]	450	600	300

[0149] [表3]

		比較例			
		1	2	3	4
潤滑	潤滑油基油[質量%]		90.0	89.5	84.0
· · ·	ちょう剤 [質 量 %]	16.0	8.0	8.0	8.0
増 ちょう剤 原 料	シ゛フェニルメタン 4,4'-シ゛イソシアネート	1	5	5	5
(モル比)	シクロヘキシルアミン	2	8	8	8
(270 16)	オクタテ゛シルアルコール	-	2	2	2
カーホ・ンブラック(平 均 粒 子 径 :40nm) [質 量 %]		•	1.0	-	-
カーホ*ンフ*ラック(平	カーホ`ンフ`ラック(平均粒子径:100nm) [質量%]		-	-	-
モリフ゛テ゛ンシ゛チオカーハ゛メート[質量%]		2.0	-	-	2.0
モリフ゛テ゛ンシ゛チオフォスフェート[質量%]		-	-	-	-
シ゛ヒト゛ロカルヒ゛ルホ゜リサルファイト゛[質量%]		1.0	-	1.0	1.0
硫	化油脂[質量%]	-	-	-	-
トリクレシ	゛ルホスフェート[質量%]	-	-	0.5	-
亜 鉛 ジ	チオフォスフェート[質量%]	-	-	-	3.0
過塩基性カ	ルシウムスルフォネート[質量%]	-	-	-	-
ク゛ラファイト(平	均 粒 子 径 :3 μ m) [質 量 %]	-	-	-	1.0
酸化	:防止剤[質量%]	1.0	1.0	1.0	1.0
	混 和 ちょう度	285	320	330	300
台上i	耐 久 試 験 [サイクル]	60	20	60	100

[0150] [実施例8~11]

実施例8~11においては、潤滑油基油として表4に示す溶剤精製パラフィン系鉱油および水素化精製ナフテン系鉱油を用い、ジフェニルメタン4,4'ージイソシアネートを当該基油に加熱溶解させ、これに表5に示す各種アミン及びアルコールを同基油に加熱溶解させたものを加えた。次いで、生成したゲル状物質に表5に示す各種添加剤を加え、攪拌した後にロールミルに通して、表5に示す組成を有するグリース組成物を得た。

[0151] [表4]

		溶 剤 精 製 パラフィン系 鉱 油	水 素 化 精 製 ナフテン系 鉱 油
動粘度	40°C	175	238
[mm²/s]	100℃	16	12.4
粘度:	指数	96	-41
	%C _A	7.36	13.9
環 分 析	%C _N	26.22	45.9
	%С₽	66.42	40.2
アニリン	点 [℃]	113.4	81.5
流 動 点 [℃]		-16	-15
硫黄分[質量%]	0.546	0
窒素分[質量 ppm]		104	60

なお、表5中、ジヒドロカルビルポリサルファイトは硫化ポリイソブチレン(硫黄含有割合45質量%)を意味する。

- [0152] [ブーツ材料浸漬試験] 実施例8~11のグリース組成物に対して以下のブーツ材料浸漬試験を行った。
- [0153] JIS K 6258に準拠して、クロロプレン系ゴム材をグリース組成物に浸漬させて12 0℃で500時間保持し、浸漬前後のゴム材の質量変化率、体積変化率、引張り強度の変化率、及び引っ張り伸びの変化率を求めた。得られた結果を表5に示す。
- [0154] [台状耐久試験] 実施例8~11のグリース組成物に対して以下の台上耐久試験を行った。
- [0155] 自動車の走行パターンを考慮し、回転数、トルク、作動角を変化させたモードを1サイクルとする条件で、市販の#95サイズのトリポート型ジョイントを用い、ジョイントが焼付くか各部位にフレーキングが発生するまでの時間を評価した。得られた結果を表5に示す。
- [0156] [表5]

			実 施 例			
			8	9	10	11
溶剤精	溶 剤 精 製 パラフィン系 鉱 油 [質 量 %]		76.0	66.5	58.0	76.0
水素化料	青製 ナフテン	レ系 鉱 油 [質 量 %]	10.0	20.0	30.0	10.0
	増 ちょう剤	[質量%]	8.0	8.0	8.0	8.0
増ちょう剤	シ゛フェニル :	・ ・タン 4,4'-シ [*] イソシアネート	5	5	5	5
原 料	:	ノクロヘキシルアミン	8	8	8	8
(モル比)	1	ウタデシルアルコール	2	2	2	2
カーホ゛ンフ゛ラック	カーポンプラック(平均粒子径:40nm) [質量%]		0.5	1.0	1.0	2.0
モリフ゛テ゛ンシ゛チオカーハ゛メート[質量%]		3.0	3.0	3.0	3.0	
モリフ゛テ゛ンシ゛チオフォスフェート[質量%]		-	-	1.0	1.0	
TCP[質量%]		0.5	0.5	-	0.5	
ジヒドロカルビルポリサルファイド[質量%]		2.0	1.0	-	1.0	
ブーツ材 料 浸 漬 試 験		強 度 変 化 率 [%]	-7	-1	-4	-16
フーフ170 春年 7.	文/良武 歌	伸び変化率[%]	-15	-10	-12	-18
台上耐久試験[時間]		900	1000	1000	1100	

請求の範囲

- [1] 潤滑油基油と、増ちょう剤と、平均粒子径が500nm以下のカーボンブラックと、有機モリブデン化合物と、を含有することを特徴とする等速ジョイント用グリース組成物。
- [2] 硫黄系極圧剤、リン系極圧剤及び亜鉛系極圧剤から選ばれる少なくとも1種を更に 含有することを特徴とする、請求項1に記載の等速ジョイント用グリース組成物。
- [3] 脂肪酸塩と炭酸塩との複合体であって前記脂肪酸が前記炭酸塩により過塩基性化された複合体、並びに有機酸塩から選ばれる少なくとも1種を更に含有することを特徴とする、請求項1又は2に記載の等速ジョイント用グリース組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/002820

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ Cl0M141/10, 163/00//(Cl0M141/10, 125:02, 135:18, 137:10) (Cl0M163/00, 125:02, 135:18, 137:10, 159:20), Cl0M10:04,						
10:12, 20:06, 30:06, 40:04, 50:10 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC						
B. FIELDS SE	B. FIELDS SEARCHED					
	Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁷ Cl0M141/10, 125/02, 135/18, 137/10, 159/20, 163/00, Cl0N10:04, 10:12, 20:06, 30:06, 40:04, 50:10					
Jitsuyo Kokai Ji	Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)					
C DOCUMEN	ITS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
		· · · Cd · · · ·	D 1 1 . N			
Category*	Citation of document, with indication, where ap		Relevant to claim No.			
Y	JP 2003-155491 A (Kabushiki : Sekiyu Kenkyusho et al.), 30 May, 2003 (30.05.03), & CN 1424388 A & EP & US 2003/0139302 A1	1314774 Al	1-3			
Y	JP 2002-195277 A (NSK Ltd.), 10 July, 2002 (10.07.02), & US 2002/0076125 A1 & US	6652148 B2	1-3			
Y	JP 2002-250351 A (NSK Ltd.), 06 September, 2002 (06.09.02) (Family: none)	,	1-3			
Further do	cuments are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.				
"A" document defining the general state of the art which is not considered date and not in conflict with the		"T" later document published after the inte date and not in conflict with the applica the principle or theory underlying the in	ation but cited to understand			
to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other		"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be				
special reason (as specified) document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed considered to involve an inventive step when the document combined with one or more other such documents, such combinate being obvious to a person skilled in the art document member of the same patent family			documents, such combination e art			
Date of the actual completion of the international search 23 May, 2005 (23.05.05) Date of mailing of the international search report 07 June, 2005 (07.06.05)						
	Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Authorized officer					
Facsimile No.		Telephone No.				

国際調査報告

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int.Cl.⁷ C10M 141/10, 163/00

//(C10M 141/10, 125:02, 135:18, 137:10) (C10M 163/00, 125:02, 135:18, 137:10, 159:20)

C10N 10:04, 10:12, 20:06, 30:06, 40:04, 50:10

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl.7

C10M 141/10, 125/02, 135/18, 137/10, 159/20, 163/00,

C10N 10:04, 10:12, 20:06, 30:06, 40:04, 50:10

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2004年

日本国実用新案登録公報

1996-2005年

日本国登録実用新案公報

1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

0. 1/2./	7 C Ha-2 24 2 0 2 CH2	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2003-155491 A	1-3
	(株式会社松村石油研究所 外1名),	
	2003.05.30 &CN 1424388 A	
	&EP 1314774 A1	
	&US 2003/0139302 A1	

▼ C欄の続きにも文献が列挙されている。

「パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用す る文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

23.05.2005

国際調査報告の発送日

07. 6. 2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁(ISA/JP)

郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 特許庁審査官(権限のある職員)

V 9280

山本 昌広

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

C (続き) .	関連すると認められる文献	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	THE BOTH ME TO COME COME TO BE TO SECTION OF THE SE	明ないり年間のショウ
Y	JP 2002-195277 A (日本精工株式会社), 2002.07.10	1-3
	&US 2002/0076125 A1 &US 6652148 B2	
Y	JP 2002-250351 A (日本精工株式会社), 2002.09.06 (ファミリーなし)	1-3
		1